

⑨ 日本国特許庁 (JP)
⑫ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開
昭55-124763

⑬ Int. Cl.³
C 07 D 213/64
213/70

識別記号 庁内整理番号
7138-4C
7138-4C

⑭ 公開 昭和55年(1980)9月26日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑮ 5-トリフルオロメチル-2-ピリドン誘導体

⑯ 特 願 昭54-32068
⑰ 出 願 昭54(1979)3月19日
⑱ 発 明 者 西山隆三
高槻市真上町5丁目41番22号
⑲ 発 明 者 藤川致一
守山市浮気町321番地の31
⑳ 発 明 者 横道勲
草津市野村町221番地

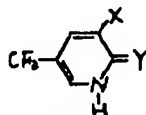
㉑ 発 明 者 芳賀隆弘
草津市野村町221番地
㉒ 発 明 者 長谷邦昭
守山市浮気町321番地の31
㉓ 発 明 者 林弘仁
守山市浮気町321番地の31
㉔ 出 願 人 石原産業株式会社
大阪市西区江戸堀1丁目3番11号

明 細 書

1. 発明の名称 5-トリフルオロメチル-2-
ピリドン誘導体

2. 特許請求の範囲

1. 一般式

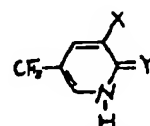


(式中Xは水素原子又はハロゲン原子であり、Yは酸素原子又はイオウ原子である。但し、Xが水素原子の場合、Yはイオウ原子である。)で表わされる5-トリフルオロメチル-2-ピリドン誘導体。

3. 発明の詳細な説明

本発明は医薬、農薬、染料などの中間原料として有用で、新規な5-トリフルオロメチル-2-ピリドン誘導体に関する。

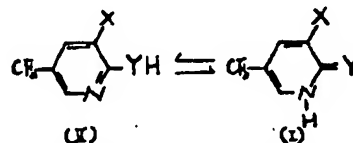
詳しくは本発明は一般式



(I)

(式中Xは水素原子又はハロゲン原子であり、Yは酸素原子又はイオウ原子である。但し、Xが水素原子の場合、Yはイオウ原子である。)で表わされる5-トリフルオロメチル-2-ピリドン誘導体である。

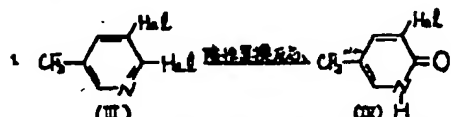
前記一般式(I)の5-トリフルオロメチル-2-ピリドン誘導体は、次に示すような互変異性として存在することができる。



(式中X及びYは前記の通りである)

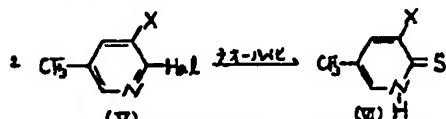
前記一般式(I)において、Xで表わされるハロゲン原子としては弗素、塩素、臭素、碘素が挙げられる。

本発明の5-トリフルオロメチル-2-ピリジン誘導体は通常、例えば下記方法によって製造される。



(上記反応式中 H₃ はハロゲン原子である)

一般に上記反応はジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミドなどの非プロトン性極性溶媒中、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどのアルカリ水溶液を用いて50～150℃、0.1～10時間で行なわれる。



(上記反応式中 X 及び H₃ は前述の通りである)

一般に上記反応はメタノール、エタノールなどのアルコール類、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミドなどの非プロトン性極性溶

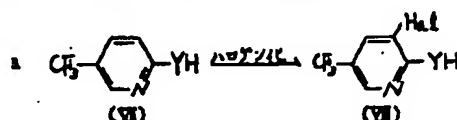
- 3 -

媒とを反応させることによりN-ベンゾイル-N'-[4-(5-トリフルオロメチルピリジン-2-イルオキシ)フェニル]ウレア系化合物に誘導できる。詳しくは本発明化合物の3-クロロ-5-トリフルオロメチル-2-ピリジンと3,4,5-トリクロロニトロベンゼンとを縮合、還元して3,5-ジクロロ-4-(3-クロロ-5-トリフルオロメチルピリジン-2-イルオキシ)アニリンを得、更にこのものと2,6-ジフルオロベンゾイルイソシアネートとを反応させると、N-(2,6-ジフルオロベンゾイル)-N'-[3,5-ジクロロ-4-(3-クロロ-5-トリフルオロメチルピリジン-2-イルオキシ)フェニル]ウレアを得ることができる。このものは殺虫剤の有効成分として優れた活性を示し、種々の有害虫、特に有害昆虫の防除に有効であって、例えばこの化合物100 ppm水溶液にキャベツの葉片を浸漬し、それを風乾してそこへ2～3令のコナガの幼虫を放ち、8日目に生死を判定した結果、100%の

- 5 -

H00055-124763(2)

殺などの溶液中、チオ尿素、硫化ソーダ、チオ硫酸ソーダ、N,N-ジメチルジチオカルバミン酸ソーダなどのチオール化剤を用いて50～還流温度0.5～10時間で行なわれる。



(上記反応式中 Y 及び H₃ は前述の通りである)

一般に上記反応は四塩化炭素、クロロホルム、酢酸、二硫化炭素、水、非プロトン性極性溶媒などの溶液中、窒素ガス、臭素、チオニルクロライド、スルフィルクロライドなどのハロゲン化剤を用いて0～100℃、0.5～10時間で行なわれる。

本発明化合物は、例えばハロゲン化ニトロベンゼン類と縮合させて4-(5-トリフルオロメチルピリジン-2-イルオキシ)ニトロベンゼン類を生成させ、これを還元して得られる4-(5-トリフルオロメチルピリジン-2-イルオキシ)アニリン類とベンゾイルイソシアネ

- 4 -

死虫率が得られた。

次に本発明化合物の具体的合成例を記載する。

合成例1 3-クロロ-5-トリフルオロメチル-2-ピリドン

(A)

5-トリフルオロメチル-2-ピリドン0.2gをクロロホルム20mlに溶解させ、50℃に加温して塩素ガスを1時間攪拌下に通じた。反応終了後、クロロホルムを留去し、トルエン-n-ヘキサンの混合溶媒で再結晶して融点144～147℃の目的物0.15gを得た。

(B)

水酸化ナトリウム2.4gを水125mlに溶解させた水溶液に2,3-ジクロロ-5-トリフルオロメチルピリジン4gを加え、更にジメチルスルホキシド125mlを加えて加熱し、110℃で1時間攪拌下に反応させた。反応終了後生成物を冷却し、濃硫酸で酸性にして沈殿物を得、このものを濾過して目的物2.5

- 6 -

ヲを得た。

合成例 2 5-トリフルオロメチル-2-チオ
ピリドン

2-クロロ-5-トリフルオロメチルピリジン4ヲとチオ尿素167ヲとをエタノール30mlに溶解させ、加熱して還流状態で3時間攪拌下に反応させた。その後、水酸化カリウム水溶液123ヲを徐々に加えて還流状態で1時間反応させた。反応終了後、生成物を放冷し、希アルカリ水溶液中に投入して塩化メチレンで洗浄し、酢酸で酸性にした。次いで、塩化メチレンで抽出し、抽出層を水洗後無水硫酸ナトリウムで乾燥させ、塩化メチレンを留去して融点147~150℃の目的物2.1ヲを得た。

合成例 3 3-ブロモ-5-トリフルオロメチル-2-ピリドン

5-トリフルオロメチル-2-ピリドン0.4ヲを酢酸10mlに溶解させ、そこへ臭素0.4ヲを加えて攪拌下で4時間反応させた。反

特願昭55-124763(3)

応終了後、酢酸を留去し、塩化メチレン-ロ-ヘキサンの混合溶液で再結晶して融点162~165℃の目的物0.45ヲを得た。

合成例 4 3-クロロ-5-トリフルオロメチル-2-チオピリドン

2-クロロ-5-トリフルオロメチルピリジン4ヲに代えて2,3-ジクロロ-5-トリフルオロメチルピリジン4.75ヲを用いる以外は前記合成例2と同様にして反応を行ない、後処理を行なって融点126~128℃の目的物1.9ヲを得た。

特許出願人 石原産業株式会社